

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

51

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Int. Cl. 2:

C 09 K 3/32

B 01 J 1/22

DT 26 50 377 A 1

+ 26 49 974

11

## Offenlegungsschrift 26 50 377

21

Aktenzeichen: P 26 50 377.5

22

Anmeldetag: 3. 11. 76

23

Offenlegungstag: 12. 5. 77

30

Unionspriorität:

32 33 31 11. 11. 75 Japan 135436-75

54

Bezeichnung: Absorptionsmaterial

71

Anmelder: Kao Soap Co., Ltd., Tokio

74

Vertreter: Hegel, K.Th., Dr.; Dickel, K., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte,  
2000 Hamburg und 8000 München

72

Erfinder: Tsuchiya, Yoshimi; Mizutani, Hiroshi; Yachiyo;  
Sakurai, Akemi, Funabashi; Chiba (Japan)

DT 26 50 377 A 1

PATENTANSPRÜCHE

1. Absorptionsmasse bestehend im wesentlichen aus einer Mischung eines Salzes eines Acrylsäure - polymerisats und Guarangummi oder Alginat oder Xanthangummi oder Mischungen dieser Verbindungen, wobei das Verhältnis des Acrylsäurepoly - merisats zu den anderen Verbindungen in der Größenordnung von 5 : 95 bis 95 : 5 liegt.
2. Absorptionsmasse nach Anspruch 1, dadurch ge - kennzeichnet, daß als Salz eines Acrylsäurepo - lymerisats Natrium-, Kalium- oder Ammoniumsalze von linearem Polyacrylsäuren, verzweigten Poly - acrylsäuren, teilweise hydrolysierten Polyacryl - amiden, teilweise verseiften Polyacrylsäureestern und Mischpolymerisate von Acrylsäure und Cellulose oder Stärke oder Mischungen dieser Verbindungen verwendet werden.
3. Absorptionsmasse nach Anspruch 1, dadurch gekenn - zeichnet, daß als Alginat ein Alkali- oder Erdal - kalisalz einer Alginsäure oder Mischungen derselben

d

verwendet werden.

4. Absorptionsmasse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis der beiden Bestandteile 30 : 70 bis 70 : 30 beträgt.
5. Damenbinde, dadurch gekennzeichnet, daß sie mindestens eine Lage einer Absorptionsmasse nach Anspruch 1 enthält.
6. Windel, dadurch gekennzeichnet, daß sie mindestens eine Schicht einer Absorptionsmasse nach Anspruch 1 enthält.
7. Damenbinde nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der Absorptionsmasse 0,1 bis 5,0 g beträgt.
8. Windel nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der Absorptionsmasse 0,1 bis 5,0 g beträgt.

-.-.-.-.-

2650377

DR. KARL TH. HEGEL · DIPLO.-ING. KLAUS DICKEL

P A T E N T A N W Ä L T E

HAMBURG 50 GROSSE BERGSTRASSE 223 8 MÜNCHEN 60 JULIUS-KREIS-STRASSE 33  
OSTFACH 500662 TELEFON (0 40) 39 62 95 TELEFON (0 89) 88 52 10

3

Telegramm-Adresse: Doellnerpatent Hamburg

ur Zeichen:

Unser Zeichen:

H 2668

2000 Hamburg, den

Dr. He/mk

KAO SOAP CO., LTD.  
1,1-chome, Nihonbashi-Kayabacho,  
Chuo-ku, Tokyo, Japan

#### ABSORPTIONSMATERIAL

---

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Absorptionsmaterial, das aus der Kombination eines Acrylpolymerisats vom sauren Typ und mindestens einer weiteren Verbindung zusammengesetzt ist, die aus Guarangummi, Alginaten oder Xanthangummi besteht. Im besonderen betrifft die Erfindung ein Absorptionsmaterial, das ein bemerkenswert hohes Flüssigkeit-absorptionsvermögen besitzt.

...2

709819/0967

Postcheckkonto: Hamburg 291220-205 · Bank: Dresdner Bank AG, Hamburg, Kto.-Nr. 3813 897

H 2668

- 2 -

4

Es ist bekannt, daß beim Zusammenbringen eines Acrylpolymerisats vom sauren Typ mit einer wässrigen Flüssigkeit das Material eine erhebliche Flüssigkeitsmenge absorbiert, so daß es anquillt und die Form eines Gels annimmt. Das saure Acrylpolymerisat hat zwar eine beträchtliche Absorptionswirkung gegenüber Wasser, aber diese Absorptionswirkung ist gegenüber einer wässrigen Elektrolytlösung erheblich vermindert.

Es wurde nun gefunden, daß ein ausgezeichneter Effekt hinsichtlich der Absorption von wässrigen Flüssigkeiten erzielt werden kann, ohne Rücksicht auf die Gegenwart von Elektrolyten in der Lösung, wenn die absorbierende Masse aus einem sauren Acrylpolymerisat in Kombination mit mindestens einer Verbindung zusammengesetzt ist, die aus Guarangummi, Alginaten oder Xanthangummi besteht. Wenn dem Absorptionsmaterial mehrwertige Metallionen, wie Calcium, Eisen, Aluminium oder dergleichen, einverleibt werden, wird überdies erforderlichenfalls das Absorptionsvermögen weiter verbessert. Wenn dieses Absorptionsmaterial als verfügbare Windel oder Damenbinde verwendet wird, tritt selbst im Fall unerwartet großer Mengen von Abflüssen oder auch dann, wenn ein verhältnismäßig starker Druck auf die zusammengesetzte Masse bei ihrer Verwendung ausgeübt wird, kaum jemals Flüssigkeit aus dem Absorptionsmaterial aus, und die Kleidung oder dergleichen wird überhaupt nicht beschmutzt. Demgemäß können Gegenstände, die ausgezeichnete Absorptions-eigenschaften besitzen, dadurch erhalten werden, wenn ein

...3

H 2668

- 3 -

5

absorbierende Zusammensetzung gemäß der Erfindung dabei benutzt wird.

Als Acrylpolymerisat vom sauren Typ, wie es gemäß vorliegender Erfindung verwendet wird, können beispielsweise Salze von linearer Polyacrylsäure, Salze von stark verzweigten Polyacrylsäuren, Salze von teilweise hydrolysierten Polyacrylamiden, Salze von teilweise verseiften Polyacrylsäureestern und Salze von Mischpolymerisaten von Acrylsäure mit Cellulose, Stärke oder dergleichen, genannt werden. Als Salze der Acrylsäuren können Alkalosalze wie Natrium, Kalium und Ammoniumsalze erwähnt werden.

Vorzuziehen ist es, daß die gemäß der Erfindung verwendeten Salze der Polyacrylsäuren ein Molekulargewicht von 10.000 bis 10.000.000 aufweisen. Die Salze des teilweise hydrolysierten Polyacrylamids besitzen vorzugsweise ein Hydrolyserungsverhältnis von 5 bis 50 %. Die Salze der teilweise verseiften Polyacrylsäureester weisen vorzugsweise ein Verseifungsverhältnis von 50 bis 100 % auf. Die Comonomeren, wie Cellulose und Stärke, werden vorzugsweise in einem Mengenverhältnis von 0,01 bis 2 Molen auf 1 Mol der Acrylsäure angewendet.

Als zweiter Bestandteil, der gemäß vorliegender Erfindung angewendet wird, können beispielsweise Alginate, Xanthangummi und Guarangummi, erwähnt werden. Bei dem Xanthangummi handelt es

...4

H 2668

- 4 -

6

sich um Polysaccharide, die durch *Xanthomonas campestris* hergestellt werden und in der Hauptsache aus D-glucose, D-mannose, und D-glucuronsäure bestehen, von denen angenommen wird, daß sie ein Molekulargewicht von mindestens  $10^6$  besitzen; bei dem Guarangummi handelt es sich um Polysaccharide, die aus Eiweißfraktionen von Samen von Leguminosen gewonnen sind, von denen anzunehmen ist, daß sie in der Hauptsache aus Galactomannan bestehen und ein Molekulargewicht von etwa 200.000 bis 300.000 besitzen. Diese Substanzen können in Form einer Mischung von zwei oder mehreren derselben verwendet werden.

Als Alginate können beispielsweise Alkalosalze, wie Natrium- oder Kalium- oder Erdalkalosalze, wie Magnesium und Calcium, oder Mischungen derselben verwendet werden.

Gemäß vorliegender Erfindung ist es vorzuziehen, daß das Gewichtsverhältnis des Acrylpolymeren zum Pflanzengummi in der Größenordnung von 5 : 95 bis 95 : 5, insbesondere im Verhältnis 30 : 70 bis 70 : 30 liegt.

Die Menge der Mischung der beiden Bestandteile, die dem Gegenstand wie einer austauschbaren Windel oder einer Damenbinde einverleibt werden, liegt vorzugsweise bei 0,1 bis 5,0 g. Gemäß vorliegender Erfindung können keimtötende Mittel oder dergleichen gewünschtenfalls dem Absorptionsmaterial beigefügt werden.

...5

709819/0967

H 2668

- 5 -

2

Die vorliegende Erfindung soll nun im einzelnen unter Bezugnahme auf die folgenden erläuternden Beispiele beschrieben werden.

#### BEISPIEL 1

5 g einer Mischung eines Natriumsalzes eines teilweise hydrolysierten Mischpolymerisats aus Stärke und Acrylamid, das im folgenden als "Na-SAA" bezeichnet wird, und Natriumalginat werden in ein nicht-gewebtes Tuch einer Größe von 5 cm x 10 cm eingeschlossen; diese Probe wird 10 Minuten in 500 ccm eines künstlichen Harns eingetaucht, der aus 2,0 % Harnstoff, 1 % Kochsalz, 0,1 % Calciumchlorid und 0,1 % Magnesiumchlorid, sowie entionisiertem Wasser bestand; die Probe wurde 30 Minuten bei Zimmertemperatur in der Luft aufbewahrt, und dann wurde die Menge der absorbierter Flüssigkeit gemessen. Ebenso wurde die Menge der absorbierter Flüssigkeit gemessen, nachdem eine Belastung von  $45 \text{ g/cm}^2$  3 Minuten auf die Probe ausgeübt worden war. Die erhaltenen Ergebnisse sind aus Tabelle 1 ersichtlich.

...6

H 2668

TABELLE 1

Versuchs Nr.	Na-SAA (Gew.-%)	Natrium- Alginat (Gew.-%)	Menge der ab- sorbierten Flüssig- keit in cm <sup>3</sup> unter einer Belas- tung von 45 g/cm <sup>2</sup>		
			Menge der ab- sorbierten Flüssigkeit in cm <sup>3</sup> unter einer Belas- tung von 45 g/cm <sup>2</sup>	Menge der ab- sorbierten Flüssigkeit in cm <sup>3</sup> unter einer Belas- tung von 45 g/cm <sup>2</sup>	Menge der ab- sorbierten Flüssigkeit in cm <sup>3</sup> unter einer Belas- tung von 45 g/cm <sup>2</sup>
1	100	0	43	43	22
2	70	30	75	58	-
3	50	50	82	65	-
4	30	70	83	54	-
5	0	100	60	45	-
Vergleichs- versuch	10 Schichten Krepppapier		35	13	-

709819 / 0967

...7

H 2668

- 7 -

9

BEISPIEL 2

Pferdeblut wurde mit einer Geschwindigkeit von 10 ccm/Minute aus einer Pipette mit einem Öffnungs durchmesser von 2 mm auf den Mittelteil einer Damenbinde aufgetropft, die ein Natrium-salz einer stark verzweigten Polyacralsäure (Na-PAA) und Kalium-Calciumalginat mit einem Calciumersatzverhältnis von 20 % enthielt; das gleiche geschah mit einer üblichen Damenbinde, die das gleiche Gewicht und die gleiche Form wie die oben-angewendete aufwies, aber keine Verbindung gemäß der Erfindung enthielt. Die Gesamtmenge des Blutes, die aufgetropft war, wenn das Tuch mit Blut gesättigt war, wurde gemessen. Es wurden die in Tabelle 2 angegebenen Resultate erhalten.

...8

709819/0967

- 8 -  
10TABELLE 2

Handelsübliche Damenbinde  
(6,0 g)

5,0 g Löschkpapier, 4,0 g Löschkpapier,  
0,5 g wasserfestes Papier, 0,3 g stark verzweigtes Na-PAA,  
und 0,5 g nichtgewebtes 0,7 g K-Ca-alginat, 0,5 g was-  
serfestes Papier, und 0,5 g nicht-gewebtes Tuch

## Material

Menge des absorbierten  
Blutes bei einer Bela-  
stung von 0 g/cm<sup>2</sup>

18 cm

65 cm

Menge des absorbierten  
Blutes bei einer Bela-  
stung von 45 g/cm<sup>2</sup>

8 cm

43 cm

•••9

H 2668

- 9 -

41

Wie aus den bei den Beispielen 1 und 2 erzielten Resultaten ersichtlich ist, ist das Absorptionsvermögen des Absorptionsmaterials gemäß vorliegender Erfindung deutlich verbessert, und das Absorptionsmaterial der vorliegenden Erfindung hat eine ausgezeichnete Absorptionskraft; das Austreten der aufgesaugten Flüssigkeit erfolgt selbst unter Anwendung äusseren Druckes nicht.

Fig. 1 ist ein zentraler Querschnitt einer Windel gemäß der Erfindung.

Fig. 2 ist ein zentraler Querschnitt einer Damenbinde gemäß der Erfindung.

### BEISPIEL 3

Eine Windel der in Fig. 1 dargestellten Struktur wurde hergestellt. Im einzelnen wurden zwei Lagen, von denen jede aus 3 Schichten Krepppapier 2 bestand, über und unter eine Mittelschicht 3 gelegt, die aus einer Mischung von 0,5 g eines Natriumsalzes eines 30%-hydrolysierten Polyacrylamids und 0,5 g Natriumalginat bestand. Die Zusammensetzung wurde an drei Seiten von einem Vinylharzblatt 4 umhüllt, während die Oberseite mit einem nicht-gewebten Tuche 1 zur Bildung einer Windel bedeckt wurde.

### BEISPIEL 4

Eine Damenbinde der in Fig. 2 dargestellten Struktur wurde

...10

H 2668

- 10 -

1d

hergestellt; im einzelnen wurden zwei Lag n 3, von denen jede aus einer Pulvermischung von 0,3 g eines Ammoniumsalzes einer verzweigten Polyacrylsäure und 0,3 g von Natrium-Calciumalginat mit einem Calciumersatzverhältnis von 10 % bestand, zwischen zwei Schichten Krepppapier 2 gelegt. Die Zusammensetzung wurde auf ein Vinylharzblatt 4 aufgelegt und mit einem nicht-gewebten Tuche 1 zur Herstellung einer Damenbinde bedeckt.

#### BEISPIEL 5

1 g einer Mischung eines Natriumsalzes eines teilweise hydrolysierten Graft-Mischpolymerisats aus Stärke und Acrylamid, im folgenden als "Na-SAA" bezeichnet, sowie Guarangummi wurde in ein nicht-gewebtes Tuch einer Größe von 5 cm x 10 cm eingeschlossen; diese Probe wurde 10 Minuten in künstlichen Urin eingetaucht, der aus 2,0 % Harnstoff, 1,0 % Natriumchlorid, 0,1 % Calciumchlorid und 0,1 % Magnesiumchlorid, Rest entionisiertes Wasser, bestand. Die Probe wurde 30 Minuten bei Zimmertemperatur an der Luft aufbewahrt; dann wurde die Menge der absorbierten Flüssigkeit bestimmt. Ebenso wurde nach einer Belastung der Probe während 3 Minuten mit  $45 \text{ g/cm}^2$  die Menge der absorbierten Flüssigkeit in gleicher Weise bestimmt. Die erhaltenen Resultate sind aus Tabelle 3 ersichtlich.

...11

709819/0967

H 2668

TABELLE 3

Versuch Nr.	Na-SAA (Gew.-%)	Guarangummi (Gew.-%)	Menge der absorbierten Flüssigkeit in ccm unter einer Belastung von 0 g/cm <sup>2</sup>	Menge der absorbierten Flüssigkeit in ccm unter einer Belastung von 45 g/cm <sup>2</sup>
----------------	--------------------	-------------------------	--	---

1	100	0	43	22
2	70	30	72	49
3	50	50	78	55
4	30	70	63	41
5	0	100	27	23

Vergleichs-  
versuch 10 Schichten Krepppapier

13 35

...12

709819 / 0967

H 2668

- 12 -

14

BEISPIEL 6

Pferdeblut wurde mit einer Geschwindigkeit von 10 ccm /Minute aus einer Pipette mit einem Öffnungs durchmesser von 2 mm auf den Mittelteil einer Damenbinde gemäß vorliegender Erfindung

aufgetropft, die 0,5 g des Natriumsalzes einer verzweigten Polyacrylsäure (Na-PPA) und 0,5 g Guarangummi enthielt. Das gleiche geschah mit einer handelsüblichen Damenbinde, die das gleiche Gewicht und die gleiche Form wie die obige besaß, aber keine Zusammensetzung gemäß der Erfindung enthielt. Es wurde die Flüssigkeitsmenge gemessen, die auf die Probe aufgetropft war, wenn die Probe mit Blut gesättigt war. Die erhaltenen Ergebnisse sind aus Tabelle 4 ersichtlich.

...13

709819/0967

TABELLE 4

<u>Übliche Damenbinde (6,0 g)</u>	<u>Damenbinde (6,0 g) gemäß vorliegender Erfindung</u>
---------------------------------------	--

Material	5,0 g Löschrpapier, 0,5 g wasserfestes Papier und 0,5 g nicht-gewebtes Tuch
Meng des absorbierten Blutes unter einer $2\text{cm}^2$ -Belastung von 0 g/cm <sup>2</sup>	18 ccm

709819 / 0967

Meng des absorbierten Blutes unter einer $2\text{cm}^2$ -Belastung von 0 g/cm <sup>2</sup>	48 ccm
--	--------

- 23 -

63 ccm

Meng des absorbierten Blutes unter einer $2\text{cm}^2$ -Belastung von 45 g/cm <sup>2</sup>	8 ccm
---	-------

... 14.

BEISPIEL 7

5 g einer Mischung eines Natriumsalzes eines teilweise hydrolysierten Mischpolymerisats aus Stärke und Acrylamid (im folgenden als "Na-SAA" bezeichnet, und Xanthangummi wurden in ein nicht-gewebtes Tuch von 5 cm x 10 cm eingeschlossen, und das nicht-gewebte Tuch wurde 10 Minuten in 500 ccm eines künstlichen Urins eingetaucht, der <sup>aus</sup> 2,0 % Harnstoff, 1,0 % Natriumchlorid, 0,1 % Calciumchlorid und 0,1 % Magnesiumchlorid, Rest entionisiertes Wasser, bestand. Die Probe wurde 30 Minuten an der Luft bei Zimmertemperatur aufbewahrt, worauf die Menge der absorbierter Flüssigkeit bestimmt wurde. Ebenso wurde die Menge der absorbierten Flüssigkeit gemessen, nachdem eine Belastung von 45 g/cm<sup>2</sup> drei Minuten angewendet worden war. Die erhaltenen Ergebnisse sind aus Tabelle 5 ersichtlich.

- 15 -  
17TABELLE 2

Versuch Nr.	Na-SAA (Gew.-%)	Xanthangummi (Gew.-%)	Menge der absorbierten Flüssigkeit in ccm unter einer Belastung von 0 g/cm <sup>2</sup>	Menge der absorbierten Flüssigkeit in ccm unter einer Belastung von 45 g/cm <sup>2</sup>
1	100	0	43	22
2	70	30	83	62
3	50	50	105	80
4	30	70	94	71
5	0	100	76	49
Vergleichs- versuch		10 Lagen Krepppapier	35	13

...16

H 2668

- 16 -

18

BEISPIEL 8

Pferdeblut wurde mit einer Geschwindigkeit von 10 ccm/Minute aus einer Pipette mit einem Öffnungsdurchmesser von 2 mm auf den Mittelteil einer Damenbinde gemäß vorliegender Erfindung aufgetropft, die ein Natriumsalz einer verzweigten Polyacrylsäure (Na-PAA) und Xanthangummi enthielt; das gleiche geschah mit einer üblichen Damenbinde, die das gleiche Gewicht und die gleiche Form besaß wie die oben-erwähnte, aber keine Mass gemäß der Erfindung enthielt.

Die Gesamtmenge des aufgetropften Blutes bei einer Sättigung der Binde mit Blut wurde gemessen; es wurden die in Tabelle 6 angegebenen Resultate erhalten.

...17

709819/0967

H 2668

TABELLE 6

<u>Übliche Damenbinde (6,0 g)</u>	<u>Damenbinde (6,0 g) gemäß vorliegender Erfindung</u>
Material 5,0 g Löschkpapier, 0,5 g wasserfestes Papier, und 0,5 g nicht-gewebtes Tuch	4,0 g Löschkpapier, 0,5 g stark verzweigtes Na-PAA, 0,5 g Xan- thangummi, 0,5 g wasserfestes Papier und 0,5 g nicht-gewebtes Tuch
Menge des absorbierenden Blutes unter einer Be- lastung von 0 g/cm <sup>2</sup>	18 ccm 82 ccm
Menge des absorbierenden Blutes unter einer Be- lastung von 45 g/cm <sup>2</sup>	57 ccm

709819 / 0967

•••18

2650377

21

Fig. 1.

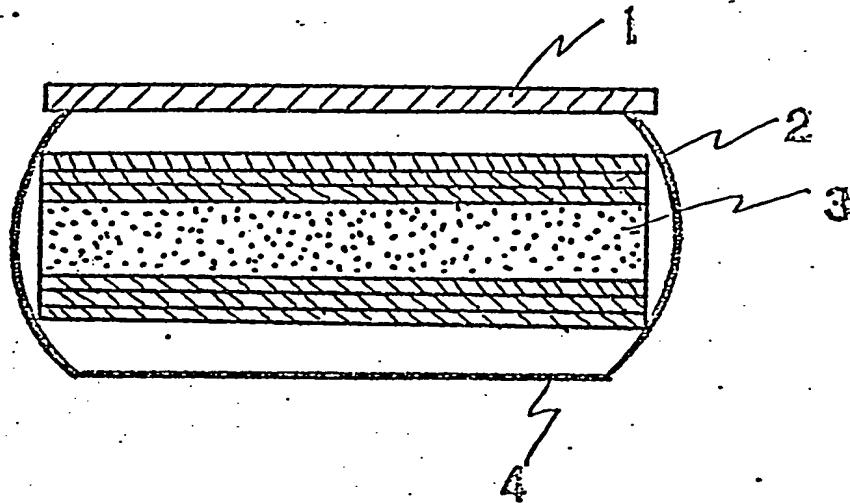
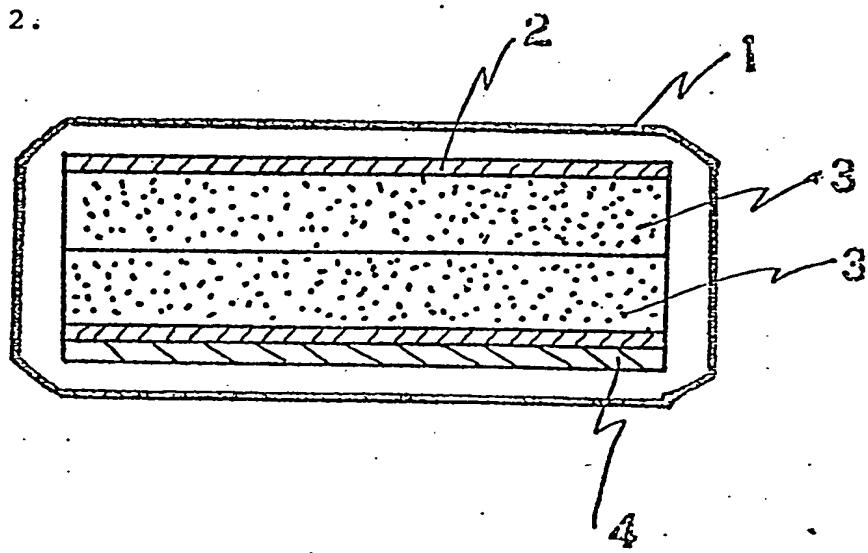


Fig. 2.



C09K

3-32

AT:03.11.1976 OT:12.05.1977

709819/0967

Kao Soap Co.Ltd.